

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 64-065031

(43)Date of publication of application : 10.03.1989

(51)Int.Cl.

C03B 8/02

C01B 33/152

(21)Application number : 62-222617

(71)Applicant : SEIKO EPSON CORP

(22)Date of filing : 04.09.1987

(72)Inventor : TAKEUCHI TETSUHIKO

(54) PRODUCTION OF GLASS

(57)Abstract:

PURPOSE: To produce large-sized glass free from warps and cracks by converting sol into gel, subjecting this wet gel to specified treatment, drying and sintering the gel.

CONSTITUTION: Sol obtd. from metal alcoholates and fine metal oxide particles as principal starting materials is converted into gel. This wet gel is immersed in a soln. of the metal alcoholates (after hydrolysis), a dispersion liq. contg. the fine metal oxide particles or sol as a precursor of the wet gel to fill the pores in the wet gel with the effective components. The gel is then dried and sintered.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

⑩ 日本国特許庁(JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A)

昭64-65031

⑬ Int.Cl.⁴

識別記号

庁内整理番号

⑭ 公開 昭和64年(1989)3月10日

C 03 B 8/02
C 01 B 33/152

7344-4G
A-6570-4G

審査請求 未請求 発明の数 1 (全2頁)

⑮ 発明の名称 ガラスの製造方法

⑯ 特 願 昭62-222617

⑰ 出 願 昭62(1987)9月4日

⑱ 発 明 者 竹 内 哲 彦 長野県諏訪市大和3丁目3番5 セイコーエプソン株式会社内

⑲ 出 願 人 セイコーエプソン株式会社 東京都新宿区西新宿2丁目4番1号

⑳ 代 理 人 弁理士 最 上 務 外1名

明 細 書

1. 発明の名称

ガラスの製造方法

2. 特許請求の範囲

(1) 金属アルコラートおよび金属酸化物微粒子を主原料として、液状ゾルを調製し、これをゲル化させてウェットゲルを作製した後、該ウェットゲルを乾燥、焼結するガラスの製造において、ウェットゲル作製の工程にて以下の処理のいずれかを施すことを特徴とするガラスの製造方法。

α) ウェットゲルを該金属アルコラート溶液中含浸する

β) ウェットゲルを該金属アルコラートの加水分解反応溶液中含浸する

γ) ウェットゲルを該金属酸化物微粒子分散液中含浸する

δ) ウェットゲルを該ウェットゲル前駆ゾル中含浸する。

3. 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

本発明は、ゾルーゲル法によるガラスの製造方法に関する。

(従来の技術)

従来のゾルーゲル法によるガラスの製造においては、調製した液状ゾルを型容器に注入し、ゲル化させウェットゲルを作製した後、該ウェットゲルに対しては、特に処理を施さずに乾燥、焼結するものであった。

(発明が解決しようとする問題点)

しかし、前述の従来技術では、調製したゾル中の、金属酸化物微粒子がゲル化までに沈降するため、上下方向に密度分布を生じた。したがってウェットゲルの熟成、乾燥、焼結において、ゲルの上下の収縮率差により、反り、割れなどが発生し易いという問題点を有する。

そこで本発明は、このような問題点を解決する

もので、その目的とするところは、ゾルーゲル法により、大型ガラスを容易に製造する方法を提供するところにある。

〔問題点を解決するための手段〕

本発明のガラスの製造方法は金属アルコラートおよび金属酸化物微粒子を主原料として、液状ゾルを調製し、これをゲル化させてウェットゲルを作製した後、該ウェットゲルを乾燥、焼結するガラスの製造において、ウェットゲル作製の工程にて、a) ウェットゲルを該金属アルコラート溶液中含浸する、b) ウェットゲルを該金属アルコラートの加水分解反応溶液中含浸する、c) ウェットゲルを該金属酸化物微粒子分散液中含浸する、d) ウェットゲルを該ウェットゲル前駆ゾル中含浸する。以上の中の少なくとも一つの処理を施すことを特徴とする。

〔作用〕

本発明によれば、ゲル化後のウェットゲルの状態のものである。

次に、該分散液に攪拌しながらエチルシリケート2.6ℓを混合し、更に攪拌を1時間継続し、加水分解反応を行なった。これは、シリカ粒子間のバインダーとして働くシラノールを生成するものである。なお、攪拌後には、均一なゾル状態となった。この後、更にアンモニア水を滴下してpH値を4〜5程度に再調整し、遠心分離、戸過などの処理をした後、20×20×10(mm)のポリプロピレン製の容器に各800ml 計8個に注入し、密閉状態にてゲル化させウェットゲルを作製した。ここで作製したウェットゲルをそれぞれ次の液中含浸した。

- ① エチルシリケートとエタノールの混合液
- ② エチルシリケートの加水分解溶液
- ③ シリカ微粒子分散液
- ④ 前記ゾルのpH値調整を怠してない液
- ⑤ 処理なし

5日間含浸した後、液中より取り出し、乾燥機に投入し、60〜80℃にて7日間、乾燥ゲル

状態にて、有効成分を含む液中に該ウェットゲルを含浸させることにより、有効成分が稀薄で、水、アルコール等の溶媒で満たされている細孔を有効成分で置換することができる。したがって、ウェットゲルの熟成、乾燥、焼結における反り、割れ等の発生を抑制し大型ガラスの作製を容易にするものである。

〔実施例〕

精製した市販のエチルシリケート(81(OEt)₄)、6ℓ エチルアルコール(C₂H₅OH) 9ℓ アンモニア水(29%) 0.2ℓ、および水2ℓを混合し、5時間攪拌した後、10時間静置した。溶液は時間の経過と共に白濁し、粒子を生成した。該シリカの分散液に水を2ℓ添加した後、濃縮を行ない2.5ℓのシリカ微粒子分散液を調製した。該分散液に2N-HClを滴下しpH値を2.0程度に調整した。これは該分散液の安定化をはかると共に次工程でエチルシリケートを添加混合した際、加水分解反応の進行を促進させる目的で行

を得た。①〜④に関しては、反り、割れなどの発生はなかったが、⑤は大きく上向きに反り、割れてしまった。

得られた乾燥ゲルを焼結炉に投入し加熱焼結し1250℃にて透明なガラス体を得た。このガラスの大きさは10×10×1mm、重量220gであった。このようにして作製したガラスに関する諸物性分析の結果は、ビッカース硬度、α重、熱膨張係数、赤外吸収スペクトル、近赤外吸収スペクトル、屈折率など溶融石英ガラスと一致した。

〔発明の効果〕

このようにして、本発明によれば、工程中の反り、割れなどの発生を抑制できるため、大型のガラスが容易に製造可能である。

以上

出願人 セイコーエプソン株式会社
代理人 弁理士 最上 務(他1名)